

Process for preparing a silica sol dispersed in a lower alcohol and use thereof, especially for the preparation of surface coating compositions for organic glass.

Patent Number: EP0607710

Publication date: 1994-07-27

Inventor(s): ERANIAN ARMAND (FR); JACQUINOT ERIC (FR)

Applicant(s):: HOECHST FRANCE (FR)

Requested Patent: ☐ EP0607710, ☐ B1Application
Number: EP19930400102 19930118

Priority Number(s): EP19930400102 19930118; CA19932087457 19930118; FR19910014906 19911202

IPC Classification: C01B33/145 ; G02B1/10

EC Classification: C01B33/145, G02B1/10BEquivalents: ☐ CA2087457, ☐ FR2684367, ☐ JP5246707**Abstract**

Process for producing a silica sol dispersed in a C1-C3 alkanol containing, by weight, less than 1% water and up to 50% silica in the form of discrete particles with a mean diameter between 5 and 100 nm and which are not bonded to each other by siloxane bonds, in which an aqueous silica sol containing up to 50% silica in the form of discrete particles with a mean diameter between 5 and 100 nm and which are not bonded to each other by siloxane bonds is mixed at room temperature with at least one part by weight with respect to the aqueous silica sol of the corresponding C1-C3 alkanol, this mixture is then subjected to a pervaporation at a temperature of less than or equal to 80°C until a dispersion containing, by weight, less than 1% water is obtained, silica sol thus obtained and use in producing compositions intended for coating organic glasses.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

BEST AVAILABLE COPY

19 European Patent Office

22

11

Publication No.: **0 607 710 A1**

12

EUROPEAN PATENT REQUEST

21

Filing No.: 99400102.5

51

Int. Cl.⁵: C01B 33/145, G02B 1/10

22

Filing date: 1/18/93

43

Date of request publication: **7/27/94**
Bulletin 94/30

71

Applicant: **HOECHST FRANCE**
Limited liability company
Tour Roussel Hoechst
1 Terrasse Bellini
F-92800 Puteaux (FR)

84

Designated contracting countries:
DE FR GB SE

72

Inventor: **Jacquinet, Eric**
22, rue de la Fontaine St. Martin
F-60350 Attichy (FR)
Inventor: **Ernlan, Armand** Résidence
des Fontaines
5, rue des Pommerets
F-92310 Sèvres (FR)

74

Agent: **Rinuy, Santarelli**
14, avenue de la Grande Armée
F-75017 (FR)

54

Process for obtaining a dispersed silicasol in a lower alkanol and application of the organosol obtained by this process, specifically in the production of compositions for surface coating organic glass

Process for obtaining a dispersed silicasol in a C₁-C₃ alkanol containing by weight less than 1% water and up to 60% silica in the form of various sized particles with an average diameter between 5 and 100 nm, not linked among themselves by siloxane links, in which an aqueous silicasol containing up to 50% silica in the form of various sized particles with an average diameter between 5 and 100 nm, not linked among themselves by siloxane links, is mixed at ambient temperature, with at least one portion of C₁-C₃ alkanol with respect to the corresponding weight of aqueous silicasol; this mixture is then subjected to a pervaporation at a temperature lower than or equal to 80°C until a dispersion containing less than 1% of its weight in water is obtained, silicasol is thus obtained by this process and used for obtaining compositions intended for the coating of organic glass.

EP 0 607 710 A1

This invention concerns a process for obtaining dispersed silicasol in lower alkanols and the application of the organosol obtained by this process, particularly in the production of compositions for coating organic glass surfaces.

Dispersions of silicasols in an organic solvent have long been known (Ralph K. ILER, *The Chemistry of Silica*, pages 412-415, John Wiley and Sons, New York, 1979) and particularly silicasols dispersed in methanol (US patent No. 2736668 and H. Akabayashi et al, *Kogyo Kagaku Zasshi*, 68, 429, (1965)).

Generally, obtaining silicasols dispersed in an organic solvent with a boiling point higher than that of water is not difficult, even for organic solvents that are not miscible with water. When the selected organic solvent for dispersion has a boiling point lower than that of water, it is still relatively easy to obtain a dispersion silicasol in this solvent provided it forms an azeotrope with the water thus allowing the complete elimination of the water introduced with the initial aqueous silicasol. However, this azeotropic distillation leads to the formation of large quantities of azeotropes which must subsequently be treated in order to recover the organic solvent (US patents No. 2433778, 2433777, 2433778, 2433779 and 2433780). But when the selected organic solvent can be mixed with water and it has a boiling point lower than 100°C and it further does not form an azeotrope with water, it is necessary in such a solvent to obtain a dispersed silicasol by either using very large quantities of solvent (cf. H. Akabayashi et al., loc. cited), or resort to indirect means such as the intermediate use of a lipophile agent so as to make the silica particle surface water-repellant, or to eliminate the water by means of a molecular sieve (patent request European No. 372124 and references cited in the same patent request and Japanese patent request No. 02(90)-275712).

Consequently, it is noted that the known processes for obtaining a dispersed silicasol in a lower alkanol with a boiling point lower than 100°C and not forming an azeotrope with water are relatively long and expensive. However, the applicant has surprisingly discovered a simple and easy means for obtaining such dispersions.

This is why this invention concerns a process for obtaining a dispersed silicasol in a C₁-C₃ alkanol containing by weight less than 1% water and up to 50% silica in the form of various sized particles with an average diameter between 5 and 100 nm, not linked among themselves by siloxane links characterized by the fact that an aqueous silicasol containing up to 50% of silica in the form of various sized particles with an average diameter between 5 and 100 nm, not linked among themselves by siloxane links is mixed at ambient temperature with at least one part and preferably two parts of C₁-C₃ alkanol with respect to the corresponding weight of aqueous silicasol; this mixture then is subjected to a pervaporation at a temperature lower than or equal to 80°C until a dispersion containing less than 1% of water by weight is obtained.

The proportion of water can be determined by using Karl Fisher's method on test portions, for example.

Pervaporation here refers to a membrane process for eliminating water (E. DINGER, *Chem. Techno. (Heidelberg)* 1990, 19(6), 50-52).

C₁-C₃ alkanol here refers to methanol, ethanol, propanol-1 and propanol-2.

Aqueous silicasols that are used are similar to those marketed by the applicant under the name KLEBO-SOL[®], in their acidic form.

This request specifically involves the process described herein above, wherein the C₁-C₃ alkanol is methanol, ethanol, propanol-1 and propanol-2.

It is known that ethanol, propanol-1 and propanol-2 with water form binary azeotropes with a boiling point of 78.2°C, 88.1°C and 80.4°C respectively, and contain, respectively, 4.4%, 28.2% and 12.2% of their weight in water. The elimination of 100 g of water by azeotropic distillation with one of these C₂-C₃ alkanols therefore theoretically requires 2180 g of ethanol, 255 g of propanol-1 and 720 g of propanol-2 at a temperature higher than or equal to 78°C. However for C₂-C₃ alkanols, the process according to this invention consumes practically no alkanol: the C₂-C₃ alkanol introduced at the beginning is almost totally present in the final organosol.

With methanols that do not form binary azeotropes with water, the process according to the present invention consumes approximately 62 g of methanol in order to eliminate 100 g of water (cf. example 2).

Accordingly, the process according to the invention is less expensive than the previous known processes. Moreover, it produces an extremely pure product, because the silicasol does

not undergo any intermediate chemical surface modification during the process through the use of special agents such as organosilanes (cf. European patent request 372124).

Another object of this invention are silicasols dispersed in a C_1 - C_3 alkanol obtained by the process of the present invention.

The process according to this invention enables colloidal silica dispersions to be obtained in a C_1 - C_3 alkanol with excellent application properties specifically for obtaining compositions intended for coating organic glass in order to protect against scratches.

This is why this request also relates to the use of a silicasol obtained according to the above process, after obtaining compositions intended for coating organic glass.

In the following examples, we have used a pervaporation unit built by the GFT company, Carbone-Lorraine, Cedex 21, 92095 PARIS LA DEFENSE 2.

EXAMPLE 1

The following is mixed by stirring at ambient temperature:

- 70 g of "KLEBOSOL" 1344 H., marketed by the applicant, containing 30% silica by weight in the form of various sized particles with an average diameter of 13 nm not linked among themselves by siloxane links, and with a pH of 2, with 140 g of ethanol.

This mixture is treated for 10 hours at a temperature of 80°C, in a pervaporation unit as previously defined, fitted with an acid-resistant membrane, with a surface area of 20 cm². A 161.6 g dispersion of colloidal silica is obtained by this process in the ethanol containing 13.0% silica by weight in the form of various sized particles with an average diameter of 13 nm not linked among themselves by siloxane links, 86.3% ethanol and 0.7% water determined by K. FISHER.

EXAMPLE 2

150 g of "KLEBOSOL" 1344 H is mixed with 170 g of methanol at ambient temperature, and the mixture obtained is subjected to pervaporation with an acid-resistant membrane with a surface area of 40 cm² for 45 hours at a temperature of 75°C. 151 g of colloidal silica dispersion is obtained by this process in the methanol containing 29.8% silica by weight in the form of various sized particles with an average diameter of 13 nm not linked among themselves by siloxane links, 69.5% methanol and 0.7% water. Moreover, 169 g of a solution containing 38.5% methanol and 61.5% water are recovered.

Claims

1. Process for obtaining a dispersed silicasol in a C_1 - C_3 alkanol containing by weight less than 1% water and up to 50% silica in the form of various sized particles with an average diameter between 5 and 100 nm, not linked among themselves by siloxane links, characterized by the fact that an aqueous silicasol containing up to 50% silica by weight in the form of various sized particles with an average diameter between 5 and 100 nm, not linked among themselves by siloxane links, is mixed at ambient temperature with at least a portion of C_1 - C_3 alkanol with respect to the corresponding weight of aqueous silicasol; this mixture is then subjected to a pervaporation at a temperature less than or equal to 80°C until a dispersion containing less than 1% water by weight is obtained.
2. Process according to claim 1, characterized by the fact that the C_1 - C_3 alkanol is methanol.
3. Process according to claim 1, characterized by the fact that the C_1 - C_3 alkanol is ethanol.
4. Process according to claim 1, characterized by the fact that the C_1 - C_3 alkanol is propanol-1.
5. Process according to claim 1, characterized by the fact that the C_1 - C_3 alkanol is propanol 2.
6. Dispersed silicasol in a C_1 - C_3 alkanol containing by weight less than 1% water and up to 50% silica in the form of various sized particles with an average diameter between 5 and 100 nm, not linked among themselves by siloxane links, characterized by the fact that it is obtained by the process according to claim 1.

7. Use of a silicasol according to claim 6, for obtaining compositions intended for the coating of organic glass.
8. Use of a silicasol obtained by the process according to claim 1, for obtaining compositions intended for the coating of organic glass.

European
Patent Office

EUROPEAN RESEARCH REPORT

Request No.
E[93 40 0102

DOCUMENTS CONSIDERED PERTINENT			
Category	Citation of the document indicating pertinent portions, if applicable	Claim concerned	REQUEST CATEGORY (Int. Cl. 5)
E	DATABASE WPI Week 9316 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 93-128925 & JP-A-5 064 738 (CENTRAL GLASS CO. LTD) March 19, 1993 *abstract*	1-6	CD1833/145 GO281/10
A	DATABASE WPI Week 9115 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 91-107085 & JP-A-3 050 288 (MITSUBISHI KASEI VI) March 4, 1991 *abstract*	7, 8	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 99, no. 20, November 14, 1983, Columbus, Ohio, US; abstract No. 162084t, KIMURA, SHOJI; NOMURA, TSUYOSHI "CONCENTRATION OF ALCOHOLS BY PERVAPORATION" page 95; column D; abstract "& SEISAN KENKYU vol. 35, no. 6, 1983, pages 289 - 292		TECHNICAL FIELDS RESEARCHED (Int. Cl. 5) C01B B01D
A	WO-A-9 105 599 (SCHERING AG) (claims 1-3, 6)*	1	
A	Week 8408 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 84-046649 & JP-A-59 008 614 (SHOKUBAI KASEI KOGYO) January 17, 1984 *abstract*		
This report was prepared for all claims			
Research site LA HAYE		Date of completion of the research AUGUST 23, 1993	Examiner RIGONDAUD B.P.
CATEGORY OF CITED DOCUMENTS X: particularly pertinent to it alone Y: particularly pertinent in combination with another document in the same category A: technological background D: [illegible] distribution P: intermediary document		T: theory or principle on which the invention is based E: prior patent document, but published as of the filing date or after this date D: cited in the request L: cited for other reasons A: member of the same family, corresponding document	



echo
international

FAX MEMO

TO:

Mrs. Ann Cannoni

FROM:

Alla Bova

COMPANY:

PPG INDUSTRIES

DATE:

4/28/2000

FAX NUMBER:

(412)434-4292

TOTAL NO. OF PAGES INCLUDING COVER:

6

PHONE NUMBER

SENDER'S REFERENCE NUMBER:

JOB # 27170

RE:

☐ URGENT ☐ FOR REVIEW ☐ PLEASE COMMENT ☐ PLEASE REPLY ☐ PLEASE RECYCLE

NOTES/COMMENTS.

Please do not hesitate to call me with any questions.

We appreciate this additional opportunity to earn your business and look forward to hearing from you again in the very near future.

THREE GATEWAY CENTER, FLOOR 14W
• PITTSBURGH, PA 15222 •
PHONE: (412) 261-1101 • FAX: (412) 261-1159
EMAIL: alla@echotrans.com • COMPUSERVE: 74631,1230
Mac files send to: mac@echotrans.com

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication: **0 607 710 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **93400102.5**

(51) Int. Cl.⁵: **C01B 33/145, G02B 1/10**

(22) Date de dépôt: **18.01.93**

(43) Date de publication de la demande:
27.07.94 Bulletin 94/30

(84) Etats contractants désignés:
DE FR GB SE

(71) Demandeur: **SOCIETE FRANCAISE HOECHST**
Société anonyme dite:
Tour Roussel Hoechst
1 Terrasse Bellini
F-92800 Puteaux(FR)

(72) Inventeur: **Jacquinet, Eric**
22, rue de la Fontaine St. Martin
F-60350 Attichy(FR)
Inventeur: **Eranlan, Armand**
Résidence des Fontaines,
5, rue des Pommerets
F-92310 Sèvres(FR)

(74) Mandataire: **Rinuy, Santarelli**
14, avenue de la Grande Armée
F-75017 Paris (FR)

(54) **Procédé d'obtention d'un sol de silice dispersé dans un alcanol inférieur et application de l'organosol ainsi obtenu, notamment à la préparation de compositions de revêtement de surface de verre organique.**

(57) Procédé d'obtention d'un sol de silice dispersé dans un alcanol en C₁-C₃ contenant pondéralement moins de 1 % d'eau et jusqu'à 50 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen compris entre 5 et 100 nm, non liées entre elles par des liaisons siloxane, dans lequel l'on mélange à la température ambiante un sol aqueux de silice contenant jusqu'à 50 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen compris entre 5 et 100 nm, non liées entre elles par des liaisons siloxane, avec au moins une partie en poids par rapport au sol aqueux de silice de l'alcanol en C₁-C₃ correspondant, puis que l'on soumet ce mélange à une pervaporation à une température inférieure ou égale à 80 °C jusqu'à l'obtention d'une dispersion contenant pondéralement moins de 1 % d'eau, sol de silice ainsi obtenu et utilisation à l'obtention de compositions destinées aux revêtement de verres organiques.

EP 0 607 710 A1

La présente invention concerne un procédé d'obtention d'un sol de silice dispersé dans un alcanol inférieur et l'application de l'organosol ainsi obtenu, notamment à la préparation de compositions de revêtement de surface de verre organique.

Les dispersions de sol de silice dans un solvant organique sont largement connues (Ralph K. Iler, *The Chemistry of Silica*, pages 412-415, John Wiley and Sons, New-York, 1979) et notamment les sols de silice dispersés dans du méthanol (brevet des Etats Unis d'Amérique N° 2736668 et H. Akabayashi et al, *Kogyo Kagaku Zasshi*, 68, 429, (1965)).

L'obtention d'un sol de silice dispersé dans un solvant organique possédant un point d'ébullition supérieur à celui de l'eau ne présente généralement aucune difficulté, même dans le cas où le solvant organique est non miscible à l'eau. Lorsque le solvant organique de dispersion choisi présente un point d'ébullition inférieur à celui de l'eau, il est encore possible d'obtenir relativement facilement une dispersion d'un sol de silice dans ce solvant à condition que celui-ci donne avec l'eau un azéotrope autorisant l'élimination complète de l'eau introduite avec le sol de silice aqueux de départ ; toutefois cette distillation azéotropique conduit à la formation de grandes quantités d'azéotropes qu'il est nécessaire subséquemment de traiter pour récupérer le solvant organique (brevets des Etats Unis d'Amérique N° 2433776, 2433777, 2433778, 2433779 et 2433780). Mais lorsque le solvant organique choisi est miscible à l'eau et qu'il présente un point d'ébullition inférieur à 100 °C et que, de plus, il ne donne pas un azéotrope avec l'eau, il est nécessaire pour obtenir un sol de silice dispersé dans un tel solvant, soit d'utiliser des très grandes quantités de solvant (cf H. Akabayashi et al, loc. cité), soit de recourir à des moyens détournés tels que l'emploi intermédiaire d'un agent lipophile de manière à rendre la surface des particules de silice hydrophobe, soit d'éliminer l'eau à l'aide de tamis moléculaires (demande de brevet européen N° 372124 et les références citées dans cette même demande de brevet, et demande de brevet japonais N° 02(90)-275712).

On constate donc que les procédés connus d'obtention d'un sol de silice dispersé dans un alcanol inférieur présentant un point d'ébullition inférieur à 100 °C et ne donnant pas avec l'eau un azéotrope sont relativement longs et onéreux. Or la demanderesse a découvert avec étonnement un moyen simple et facile pour obtenir de telles dispersions.

C'est pourquoi la présente invention concerne un procédé d'obtention d'un sol de silice dispersé dans un alcanol en C₁-C₃ contenant pondéralement moins de 1 % d'eau et jusqu'à 50 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen

compris entre 5 et 100 nm, non liées entre elles par des liaisons siloxane caractérisé par le fait que l'on mélange à la température ambiante un sol aqueux de silice contenant jusqu'à 50 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen compris entre 5 et 100 nm, non liées entre elles par des liaisons siloxane avec au moins une partie et de préférence environ deux parties en poids par rapport au poids du sol aqueux de silice de l'alcanol en C₁-C₃ correspondant, puis que l'on soumet ce mélange à une pervaporation à une température inférieure ou égale à 80 °C jusqu'à l'obtention d'une dispersion contenant pondéralement moins de 1 % d'eau.

La proportion d'eau peut être déterminée par exemple par mise en oeuvre de la méthode de Karl Fisher sur des prises d'essai.

Par pervaporation, on désigne un procédé membranaire d'élimination de l'eau (E. DINGER, *Chem. Technol. (Heidelberg)* 1990, 19(5), 50-52).

Par alcanol en C₁-C₃ on désigne le méthanol, l'éthanol, le propanol-1 et le propanol-2.

Les sols aqueux de silice utilisés sont des sols aqueux de silice tels que ceux commercialisés par la demanderesse sous la dénomination KLEBOSOL[®], sous leur forme acide.

La présente demande a particulièrement pour objet le procédé ci-dessus décrit, caractérisé en ce que l'alcanol en C₁-C₃ est le méthanol, l'éthanol, le propanol-1 et le propanol-2.

Il est connu que l'éthanol, le propanol-1 et le propanol-2 donnent avec l'eau des azéotropes binaires présentant respectivement un point d'ébullition de 78,2 °C, 88,1 °C et 80,4 °C, et contenant pondéralement respectivement 4,4 %, 28,2 % et 12, 2 % d'eau. L'élimination de 100 g d'eau par distillation azéotropique avec l'un de ces alcanols en C₂-C₃ exige donc théoriquement 2180 g d'éthanol, 255 g de propanol-1 et 720 g de propanol-2 à une température supérieure ou égale à 78 °C. Or dans ce cas des alcanols en C₂-C₃, le procédé de la présente invention ne consomme pratiquement pas d'alcanol : l'alcanol en C₂-C₃ introduit au départ se retrouve pratiquement en totalité dans l'organosol final.

Avec le méthanol qui ne donne pas d'azéotrope binaire avec l'eau, le procédé selon la présente invention consomme environ 62 g de méthanol pour éliminer 100 g d'eau (cf exemple 2).

En conséquence, le procédé selon l'invention est moins onéreux que les procédés antérieurs connus. De plus, il conduit à des produits extrêmement purs, car au cours du procédé, le sol de silice ne subit aucune modification chimique intermédiaire de surface par l'emploi de réactifs spéciaux tels que les organosilanes (cf demande de brevet européen N° 372124).

La présente invention a également pour objet les sols de silice dispersés dans un alcanol en C₁-C₃ obtenus par le procédé de la présente invention.

Le procédé selon la présente invention permet d'obtenir des dispersions de silice colloïdale dans un alcanol en C₁-C₃ présentant d'excellentes propriétés applicatives notamment pour l'obtention de compositions destinées aux revêtements de verres organiques afin en particulier de les protéger contre les éraflures.

C'est pourquoi la présente demande a aussi pour objet l'utilisation d'un sol de silice obtenu selon le procédé ci-dessus, à l'obtention de compositions destinées au revêtement des verres organiques.

Dans les exemples suivants, nous avons utilisé une unité de pervaporation construite par la Société GFT, le Carbone-Lorraine, Cedex 21, 92095 PARIS LA DEFENSE 2.

EXEMPLE 1

On mélange à la température ambiante sous agitation :

- 70 g de "KLEBOSOL" 1344 H., commercialisé par la demanderesse, contenant 30 % en poids de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen de 13 nm et non liées entre elles par des liaisons siloxane, et présentant un pH de 2, avec 140 g d'éthanol.

Ce mélange est traité durant 10 heures à une température de 80 °C, dans une unité de pervaporation définie précédemment, équipée d'une membrane résistante aux acides, d'une surface de 20 cm². On obtient ainsi 161,5 g d'une dispersion de silice colloïdale dans l'éthanol contenant pondéralement 13,0 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen de 13 nm et non liées entre elles par des liaisons siloxane, 86,3 % d'éthanol et 0,7 % d'eau déterminée par K.FISHER.

EXEMPLE 2

On mélange à la température ambiante 150 g de "KLEBOSOL" 1344 H avec 170 g de méthanol, puis on soumet le mélange obtenu pendant 45 heures, à une température de 75 °C, à une pervaporation avec une membrane résistante aux acides d'une surface de 40 cm². On obtient ainsi 151 g d'une dispersion de silice colloïdale dans le méthanol contenant pondéralement 29,8 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen de 13 nm et non liées entre elles par des liaisons siloxane, 69,5 % de méthanol et 0,7 % d'eau. Par ailleurs, on récupère 169 g d'une solution contenant 38,5 % de méthanol et 61,5 % d'eau.

Revendications

1. Procédé d'obtention d'un sol de silice dispersé dans un alcanol en C₁-C₃ contenant pondéralement moins de 1 % d'eau et jusqu'à 50 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen compris entre 5 et 100 nm, non liées entre elles par des liaisons siloxane, caractérisé par le fait que l'on mélange à la température ambiante un sol aqueux de silice contenant jusqu'à 50 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen compris entre 5 et 100 nm, non liées entre elles par des liaisons siloxane, avec au moins une partie en poids par rapport au sol aqueux de silice de l'alcanol en C₁-C₃ correspondant, puis que l'on soumet ce mélange à une pervaporation à une température inférieure ou égale à 80 °C jusqu'à l'obtention d'une dispersion contenant pondéralement moins de 1 % d'eau.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'alcanol en C₁-C₃ est le méthanol.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'alcanol en C₁-C₃ est l'éthanol.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'alcanol en C₁-C₃ est le propanol-1.
5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'alcanol en C₁-C₃ est le propanol-2.
6. Sol de silice dispersé dans un alcanol en C₁-C₃ contenant pondéralement moins de 1 % d'eau et jusqu'à 50 % de silice sous forme de particules discrètes d'un diamètre moyen compris entre 5 et 100 nm, non liées entre elles par des liaisons siloxane, caractérisé par le fait qu'il est obtenu par le procédé de la revendication 1.
7. Utilisation d'un sol de silice selon la revendication 6, à l'obtention de compositions destinées aux revêtements de verres organiques.
8. Utilisation d'un sol de silice obtenu par le procédé de la revendication 1, à l'obtention de compositions destinées aux revêtements de verres organiques.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 93 40 0102

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
E	DATABASE WPI Week 9316, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 93-128925 & JP-A-5 064 738 (CENTRAL GLASS CO LTD) 19 Mars 1993 * abrégé *	1-6	C01B33/145 G02B1/10
A	DATABASE WPI Week 9115, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 91-107085 & JP-A-3 050 288 (MITSUBISHI KASEI VI) 4 Mars 1991 * abrégé *	7,8	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 99, no. 20, 14 Novembre 1983, Columbus, Ohio, US; abstract no. 160284t, KIMURA, SHOJI; NOMURA, TSUYOSHI 'CONCENTRATION OF ALCOHOLS BY PERVAPORATION' page 95 ;colonne D ; * abrégé * & SEISAN KENKYU vol. 35, no. 6, 1983, pages 289 - 292	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) C01B B01D
A	WO-A-9 105 599 (SCHERING AG) * revendications 1-3,6 *	1	
A	Week 8408, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 84-046649 & JP-A-59 008 614 (SHOKUBAI KASEI KOGYO) 17 Janvier 1984 * abrégé *	6	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 23 AOUT 1993	Examinateur RIGONDAUD B.P.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.